(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 104870394 A
(43)申请公布日 2015.08.26

(21)申请号 201380066117.3
(22)申请日 2013.12.19
(30)优先权数据
61/740,943 2012.12.21 US
(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2015.06.17
(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/US2013/076708 2013.12.19
(87)PCT国际申请的公布数据
WO2014/100487 EN 2014.06.26
(71)申请人 爱迪生太阳能公司
地址 美国密苏里州
(72)发明人 R·J·菲利普斯 S·B·拉索德
(74)专利代理机构 北京市中咨律师事务所 11247
代理人 吴鹏 马江立
(51)Int.Cl.
C03C 27/06(2006.01)

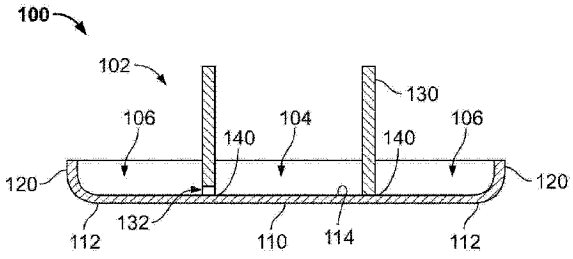
权利要求书2页 说明书5页 附图2页

(54)发明名称

结合二氧化硅部件的方法、用于生长单晶锭的坩埚、系统及其方法

(57)摘要

一种用于将第一二氧化硅部件结合至第二二氧化硅部件的方法，方法包括为第一和第二二氧化硅部件的接触面涂覆具有二氧化硅和二氧化硅前体中的至少一者的溶液。第一二氧化硅部件的涂覆表面被放置成与第二二氧化硅部件的涂覆表面相邻以形成组件，和加热组件。一种用于在多晶锭的定向凝固中使用的坩埚，包括：基部、侧壁和堰体，一种用于生长单晶锭的系统，包括具有基部、侧壁和堰体的坩埚、加热器和进料管，以及一种用于从具有基部、侧壁和堰体的坩埚生长单晶锭的方法，该方法包括：将原料材料放入坩埚中，熔化原料材料，将晶种下降到熔体中和将晶种从熔体拉出以拉出晶锭。



CN 104870394 A

1. 一种将第一二氧化硅部件结合至第二二氧化硅部件的方法，该方法包括：

提供第一二氧化硅部件；

提供第二二氧化硅部件；

为所述第一二氧化硅部件和所述第二二氧化硅部件的接触面涂覆具有二氧化硅和二氧化硅前体中的至少一者的溶液；

将所述第一二氧化硅部件的涂覆表面放置成与所述第二二氧化硅部件的涂覆表面相邻以形成组件；和

加热所述组件。

2. 根据权利要求 1 所述的方法，其中，加热所述组件在惰性气氛中进行。

3. 根据权利要求 2 所述的方法，其中，所述惰性气氛基本上是氩气。

4. 根据权利要求 1 所述的方法，其中，加热所述组件在约 1150℃至约 1550℃的温度范围中执行。

5. 根据权利要求 1 所述的方法，其中，加热所述组件执行约 4 小时至约 16 小时。

6. 根据权利要求 1 所述的方法，其中，所述溶液包括二氧化硅前体，所述二氧化硅前体是四烷氧基硅烷。

7. 一种用于在多晶锭的定向凝固中使用的坩埚，坩埚包括：

基部；

侧壁，其围绕所述基部延伸，以形成用于在其中容纳材料的容器；和

堰体，其在从所述侧壁向内的位置附接至所述基部，以限定内腔和外腔，所述堰体具有穿过所述堰体的至少一个通道，以允许所述外腔中的材料运动到所述内腔中。

8. 根据权利要求 7 所述的坩埚，其中，使用选自二氧化硅和二氧化硅前体中一者的结合剂将所述堰体附接至所述基部。

9. 根据权利要求 7 所述的坩埚，其中，所述结合剂选自二氧化硅粉、热硅和四烷氧基硅烷中一者。

10. 根据权利要求 7 所述的坩埚，还包括定位在从所述侧壁向内的第二堰体。

11. 一种用于生长单晶锭的系统，所述系统包括：

坩埚，其具有：

基部；

侧壁，其围绕所述基部延伸，以形成用于在其中容纳材料的容器；和

堰体，其在从所述侧壁向内的位置附接至所述基部，以限定内腔和外腔，所述堰体具有穿过所述堰体的至少一个通道，以允许所述外腔中的材料运动到所述内腔中；

加热器，其布置成邻近所述坩埚，用于向所述坩埚提供热量以维持其中所含有的熔体材料；和

进料管，其与所述坩埚连接，用于向所述坩埚供应原料材料。

12. 根据权利要求 10 所述的系统，还包括用于控制原料材料通过所述进料管的进料速率的计算装置。

13. 根据权利要求 10 所述的系统，还包括用于将晶种下降到硅熔体中以及将晶种从硅熔体中提升出的拉具系统。

14. 根据权利要求 10 所述的系统，还包括用于调节由所述加热器向所述坩埚提供的热

量的控制器。

15. 根据权利要求 10 所述的系统，其中，所述坩埚包括定位成从所述侧壁向内的第二堰体。

16. 一种用于从坩埚生长单晶锭的方法，所述坩埚具有基部、侧壁和堰体，所述堰体在从所述侧壁向内的位置处附加至所述基部，以限定内腔和外腔，所述堰体具有穿过所述堰体的至少一个通道，以允许所述外腔中的材料运动到所述内腔中，该方法包括：

将原料材料放入所述坩埚中；

熔化原料材料以形成经过所述通道从所述外腔到达所述内腔的熔体；

将晶种下降到熔体中；和

将晶种从熔体拉出，以由晶种拉出晶锭。

17. 根据权利要求 14 所述的方法，其中，在从所述堰体径向向外的位置处将原料材料放入所述坩埚中。

18. 根据权利要求 14 所述的方法，还包括在紧邻形成的晶锭的位置处测量熔体的温度。

19. 根据权利要求 14 所述的方法，其中，在将原料材料放入所述坩埚的同时拉出晶锭。

结合二氧化硅部件的方法、用于生长单晶锭的坩埚、系统及其方法

技术领域

[0001] 本申请要求2012年12月21日提交的美国临时申请No.61/740,943的优先权，其公开内容全部通过引用结合在本文中。

[0002] 本发明大体上涉及用于结合二氧化硅部件的方法，并且涉及用于生长单晶锭的二氧化硅坩埚。

背景技术

[0003] 在通过提拉(CZ)法生长的单晶硅的生产中，多晶硅首先在拉晶装置的诸如石英坩埚的坩埚中熔化，以形成硅熔体。晶种被下降到熔体中，并且缓慢地从熔体上升出以生产硅熔体。为了使用该方法生产高质量单晶锭，与晶锭直接相邻的熔体的表面的温度和稳定性必须被维持成大体恒定。需要更有效的系统和方法来限制与晶锭直接相邻的熔体中的温度波动和表面扰动。

[0004] 该背景技术章节意在向读者介绍可能与本发明的各方面相关的技术的各方面，这些方面在下文被描述和/或要求。相信该讨论有助于为读者提供背景信息，以帮助更好地理解本发明的各方面。因此，应当理解的是，这些叙述应当从这个角度阅读，而不是作为对已有技术的认可。

发明内容

[0005] 第一方面是将第一二氧化硅部件结合至第二二氧化硅部件的方法。该方法包括提供第一和第二二氧化硅部件；为第一二氧化硅部件和第二二氧化硅部件的接触面涂覆具有二氧化硅和二氧化硅前体中的至少一者的溶液；将第一二氧化硅部件的涂覆表面放置成与第二二氧化硅部件的涂覆表面相邻以形成组件；和加热组件。

[0006] 另一方面是用于在多晶锭的定向凝固中使用的坩埚。坩埚具有基部、侧壁和堰体，侧壁围绕基部延伸，以形成用于在其中包含材料的容器，堰体在从侧壁向内的位置附装至基部，以限定内腔和外腔。堰体具有至少一个穿过其中的通道，以允许外腔中的材料运动至内腔。

[0007] 再另一方面是一种用于生长单晶锭的系统。系统包括坩埚、加热器和进料管。坩埚具有基部、侧壁和堰体，侧壁围绕基部延伸，以形成用于包含其中的材料的容器，堰体在从侧壁向内的位置附接至基部，以限定内腔和外腔。堰体具有至少一个穿过其中的通道，以允许外腔中的材料运动至内腔。加热器定位成与坩埚相邻，以向坩埚提供热量来维持其中的硅熔体。进料管与坩埚相连接，以向坩埚供应原料材料。

[0008] 又另一方面是一种用于从坩埚生长单晶锭的方法，坩埚具有基部、侧壁和堰体，堰体在从侧壁向内的位置处附加至基部，以限定内腔和外腔，堰体具有至少一个穿过其中的通道，以允许外腔中的材料运动至内腔。该方法包括将原料材料放入坩埚中；熔化原料材料以形成经过通道从外腔到达内腔的熔体；将晶种下降到熔体中；和将晶种从熔体拉出，以

由晶种拉出晶锭。

[0009] 存在对关于上述方面提出的特征的各种改善。其它特征同样也可以被结合在上述方面中。这些改善和附加的特征可以单独地或任意组合地存在。例如，正面关于所图示的实施例中任一种讨论的各特征可以单独地或任意组合地结合在上述方面的任一项中。

附图说明

[0010] 图 1 是根据一个实施例的坩埚的局部剖视图；

[0011] 图 2 是根据另一实施例的晶体生长系统的示意性侧视图；和

[0012] 图 3 是根据另一实施例的坩埚的局部剖视图。

[0013] 在全部附图的多个视图中，对应的附图标记表示对应的部件。

具体实施方式

[0014] 参考图 1，用于在多晶锭的定向凝固中使用的坩埚被示出并大体上表示为 100。坩埚 100 具有基部 110、侧壁 120 和堰体 130。侧壁 120 围绕基部的周边 112 向上延伸，以在坩埚 100 中形成其中用于包含材料的凹洞 102。

[0015] 堰体 130 通过结合剂 140 粘附至基部 110。粘附的堰体 130 在从侧壁 120 径向向内的位置从基部 110 的顶面 114 向上延伸。堰体 130 将凹洞 102 分成内腔 104 和外腔 106。通道 132 延伸穿过堰体 130 以连接内腔 104 和外腔 106。堰体 130 可以是圆柱形主体或任何其它适当的形状。

[0016] 在一种用于生产具有两个或多个由熔融二氧化硅制成的部件的坩埚的实施例的方法中，部件的接触面被制成具有相似的轮廓和相互匹配。各部件的接触面涂有含有二氧化硅或二氧化硅前体的溶液（例如“注浆 (slip)”）。溶液被制备成显示出分散胶状悬浮液，并且被典型地刷到接触面的两侧。接触面然后被压在一起，并且被允许变干。溶液典型地是水基系统，因此允许溶液风干。

[0017] 在风干之后，接合处被放入热源中，热源能够在使脱玻作用最小化的受控制的条件下将部件加热到特定温度范围，以外将两个表面结合在一起。受控制的条件使得二氧化硅的晶型转变、产生方石英的脱玻作用最小化。受控制的条件包括在诸如氩气的惰性气氛中将涂层部分加热到约 1150℃至约 1550℃的范围中的温度，加热约 4 小时至几乎 16 小时之间。时间是基于在结合处获得用于有效结合的充足粘性的流体。实际的时间取决于结合处在热处理后的连续性以减小或消除结合处之间的空隙空间。

[0018] 溶液可以包括注浆成型剂，例如二氧化硅粉 (Cab-O-sil)、热硅 (Thermosil) 或其它适当的注浆成型剂。溶液可以包括二氧化硅前体，例如四烷氧基硅烷 (tetroalkoxysilane) 或其它适当的二氧化硅前体。

[0019] 在另一实施例中，晶体生长系统在图 2 中被示出并大体上表示为 200。晶体生长系统 200 用于通过提拉法生产大晶体或晶锭。晶体生长系统 200 包括坩埚 100，坩埚 100 含有硅熔体 212，拉具或拉具系统 234 正从坩埚 100 中将晶锭 214 从熔体中拉出。在拉晶过程期间，晶种 232 被拉具 234 下降到熔体 212 中，然后缓慢地从硅熔体升起。随着晶种 232 缓慢地从熔体 212 升起，来自熔体的硅原子使其自身与晶种对齐并且附着至晶种，以形成晶锭 214。在该过程阶段，期望使晶锭中由来自熔体的硅原子错位引起的缺陷最小化。

[0020] 可以在从堰体径向向外的位置通过进料管 220 将原料材料 216 从进料器 218 放置到坩埚 100 的外腔 106 中。原料材料 216 的温度比周围熔体 212 低，随着原料材料温度升高和随着原料材料自身熔化，原料材料 216 从熔体吸收热量。随着原料材料 216 从熔体 212 吸收能量，周围熔体的温度立刻下降。在熔体温度的这些波动期间，妨碍了硅原子适当地对齐自身的能力。

[0021] 添加的原料材料 216 的数量由进料器 218 控制，进料器 218 由于来自控制器 222 的致动信号而作用。控制器 222 是用于控制通过进料管的原料材料的进料速率的计算装置。熔体 212 冷却的量由控制器 222 精确确定和控制。控制器 222 或添加或不添加原料，以调节熔体的温度。随着原料材料 216 被添加到熔体 212 中，熔体的表面可能被扰动。该扰动还影响熔体硅原子与晶种的硅原子适当地对齐的能力。

[0022] 通过围绕坩埚定位在各位置处的加热器 224、226、228 向坩埚 100 提供热量。来自加热器 224、226、228 的热量熔化或液化原料材料 216，然后使熔体 212 维持在液化状态。加热器 224 大体上是圆柱形的形状，并且向坩埚 100 的侧面提供热量，加热器 226 和 228 向坩埚的底部提供热量。在一些实施例中，加热器 226 和 228 大体上是环形的形状。

[0023] 加热器 224、226 和 228 是联接至控制器 222 的电阻式加热器，控制器 222 可控制地向加热器施加电流以改变其温度。诸如高温计等温度传感器的传感器 230 在生长的单晶锭 214 的晶体 / 熔体表面处提供对熔体 212 的温度的连续测量。传感器 230 还可以用于测量生长的晶锭的温度。传感器 230 在通信上与控制器 222 连接。可以附加其它温度传感器来关于对于生长晶锭关键的点测量和向控制器提供温度反馈。虽然为了清晰而示出了单个通信导线，但是一个或多个温度传感器可以通过多根导线或无线连接（例如通过红外线数据链路或其它适当的连接器）连接至控制器。

[0024] 可以分别且独立地选择由控制器 222 供应至各加热器 224、226 和 228 的电流量，以优化熔体 212 的热特性。在一些实施例中，可以围绕坩埚布置一个或多个加热器来提供热量。

[0025] 如上所述，晶种 232 被附着至位于熔体 212 上方的拉具 234 的一部分。拉具 234 沿着垂直于熔体 212 的表面的方向提供晶种 232 的运动，允许晶种朝着熔体被下降或下降到熔体中和从熔体上升或升出熔体。为了生产晶锭 214，与晶种 232/ 晶锭 214 相邻的区域中的熔体 212 必须维持在大体上恒定的温度，并且表面扰动必须最小化。

[0026] 堰体 130 限制与晶种 232/ 晶锭 214 直接相邻的区域中的表面扰动和温度波动。也抑制固体硅残片经过通道到内腔中。在一些实施例中，在坩埚中可以使用多于一个堰体，这将增加可溶解的或可熔化的微粒在外腔中的停留时间。在各堰体上可以使用类似的结合方法，以得到类似的抑制固体硅残片经过和进入内腔中的好处。

[0027] 熔体 212 的运动被限制在通道 132 的位置。沿着堰体 130 的下段放置通道 132 将熔体 212 的运动限制成沿着坩埚 100 的基部 110 的运动。因此，熔体 212 进入内熔体部分中的任何运动都远离熔体的顶部（晶锭 214 被拉出处）或与其相对。熔体运动的该配置限制了沿着熔体 212 的内熔体部分的顶部的表面扰动和温度波动。

[0028] 通道 132 允许熔体 212 在外腔 106 和内腔 104 之间的受控制的运动。将熔体运动限制在腔 104、106 之间允许随着硅材料经过通道 132，将外腔 106 中的硅材料加热至约等于内腔 104 中的熔体的温度的温度。

[0029] 继续参考图 1，硅在外腔中被熔化，而固体硅被连续地供应到外腔 106 中。因此，在腔 106 中同时进行进料和熔化。熔体 212 通过通道 132 从外腔 106 流入内腔 104 中。晶锭 214 然后在内腔 104 中从熔体 212 生长出。

[0030] 通道 132 可以在与进料管 220 在直径上对置的位置处被布置在堰体 130 上，以增加原料材料 216 在进入内腔 104 之前必须穿过的距离。

[0031] 在一种用于生长单晶锭的实施例的方法中，堰体和原料材料被放置在坩埚中。加热器被放置成与坩埚相邻，以提供热量来液化或熔化原料材料，形成熔体。晶种被下降到熔体中，然后缓慢地从熔体上升出，以由晶种生长晶锭。

[0032] 在该过程开始时，原料材料可以被放置在内腔 104 和 / 或外腔 106 中。在工作期间，原料材料可以被放置在堰体 130 外部的区域中，用于连续的进料或晶体生长过程。随着堰体 130 外部的原料材料熔化，允许熔体 212 从外腔 106 运动到内腔 104 中。熔体在腔 104、106 之间的运动被限制成经过堰体 130 的外支柱和内支柱。

[0033] 在一些实施例中，堰体 130 不包括通过其中的通道。在这些实施例中，堰体 130 沿着堰体的长度在离散的位置处被结合至坩埚，限定了未结合的部分。未结合的部分在堰体的支柱下面形成介于堰体和坩埚之间的间隙。熔体从外腔到内腔的运动被限制成通过由未结合的部分形成的间隙的运动。

[0034] 通过将熔体的运动限制成沿着或靠近基部，允许熔体的温度随着熔体从外腔 106 流入内腔 104 中而增加。

[0035] 进入内腔 104 的熔体在温度上大体上与已经在内腔中的熔体相同。在到达内腔 104 之前升高熔体的温度降低了内腔中的温度梯度。控制器作用成维持内腔 104 中大体上恒定的温度。

[0036] 另外，将熔体在内和外腔 104、106 之间的运动限制成沿着基部允许内腔的表面保持相对无扰动。堰体 130 大体上防止外腔 106 中的扰动通过大体上包含由扰动产生的能量波来扰乱内腔 104 中的熔体的表面。扰动也通过通道的位置被限制。通道沿着坩埚的底部，这允许熔体运动到内腔 104 中，而不扰乱内腔的表面稳定性。

[0037] 通过传感器 230 在与生长的晶锭直接相邻的位置测量内腔 104 中的熔体的温度。传感器与控制器 222 相连接。控制器 222 通过向加热器 224、226 和 228 供应或大或小的电流和通过向熔体供应或多或少的原料材料来调节熔体的温度。控制器 222 还能够在晶种从熔体上升和生长晶锭的同时供应原料材料。

[0038] 参考图 3，用于在多晶锭的定向凝固中使用的坩埚的另一实施例被示出并大体上表示为 300。坩埚 300 具有基部 310、侧壁 320、第一堰体 330 和第二堰体 350。第一堰体 330 通过结合剂 340 连接至基部 310。第二堰体 350 也通过结合剂 360 连接至基部 310。

[0039] 如在本文中所述，分别使用结合剂 340 和 360 将第一堰体 330 和第二堰体 350 连接至基部 310。然而，在一些实施例中，第一堰体 330 和第二堰体 350 中仅有一个堰体被结合至基部 310。在其它实施例中，结合剂 340 可以与结合剂 360 相同。在再其它实施例中，结合剂 340 和 360 具有不同的成分。

[0040] 如上所述的实施例使得产量增加和质量更好的晶锭成为可能，而降低了工艺的成本。使用二氧化硅粉的示例系统被确定为比控制或无注浆系统执行好四倍以上。通过对界面处的空隙的交叉的直线 / 截距法进行该确定。

[0041] 当介绍本发明或其实施例的元件时，冠词“一”、“一个”、“该”和“所述”意在意味着存在一个或多个元件。术语“包含”、“包括”和“具有”意在是包含性的，并且意味着可能存在除了所列出的元件之外的额外的元件。使用表示特殊定向的术语（例如“顶部”、“底部”、“侧面”等）是为了便于描述，而不需要所述项目的任何特殊定向。

[0042] 由于在不背离本发明的范围的情况下，可以对上述结构和方法进行各种改变，因此上文描述中所包含的和附图中所示出的所有事物将意在被解释成示意性的，而不是限制的意义。

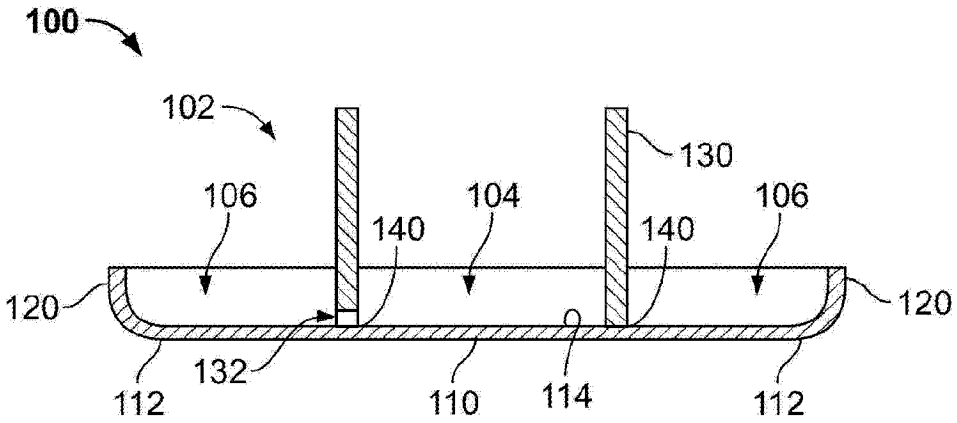

100
102
130
106
104
140
140
106
120
120
132
112
110
114
112

图 1

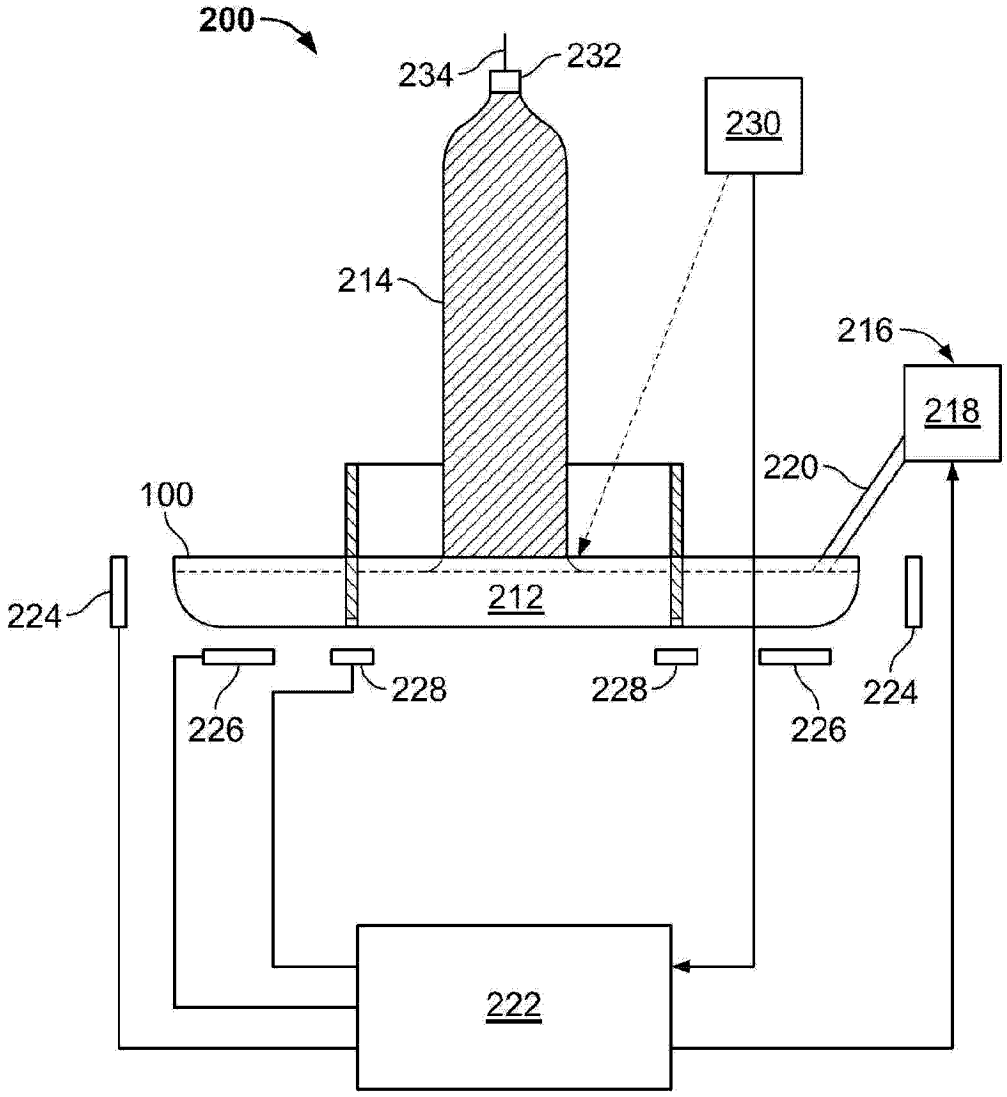

200
234
232
230
214
216
218
220
100
212
224
224
228
228
226
226
222

图 2

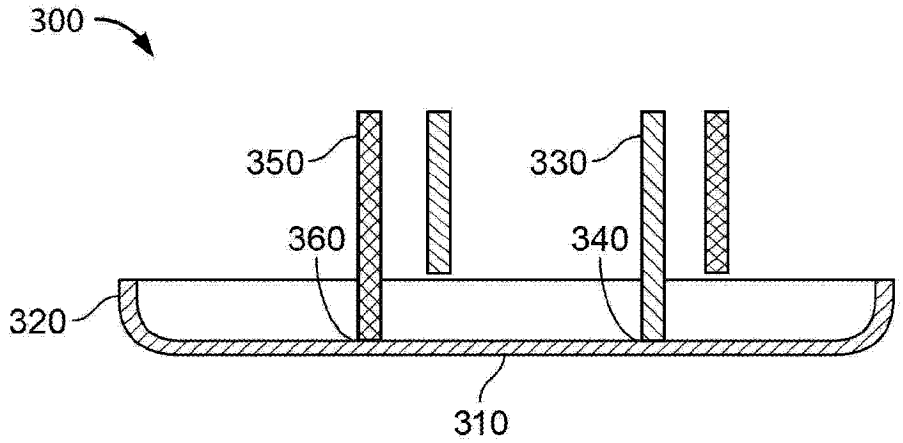


图 3